

ODS Ni 基超合金の恒温鍛造（第二報）

山 田 芳 輝*・山 口 雄 介**・斗 沢 貴 幸***
大 内 清 行****

Isothermal Forging of ODS Nickel-Base Superalloy, Part 2

Yoshiki YAMADA*, Yusuke YAMAGUTI**, Takayuki TOZAWA***
and Kiyoyuki OUCHI****

Abstract

Today, the use environment of the part is following the course of the high efficiency for space aviation, and auto industry development. That purpose discovery is demanded of materials superior for high temperature strength and not oxidation and the processing method. The tests are forming a ODS nickel-base superalloy as the simple shape and disk shape by a method of isothermal forging, and performed organization observation, qualitative analysis after processing. As a result, in the case of strain rate is less than 1×10^0 it can process it without a defect, microduplex superplasticity does not occur, and be able to confirmed chemical composition does not have Fe.

Keywords: ODS nickel-base superalloy, Isothermal forging, Organization observation, Qualitative analysis, Microduplex superplasticity

1. 緒 論

現在、宇宙・航空産業および自動車産業などの発展により、部材の使用環境は過酷の一途をたどっている。内燃機関などの動作温度の上昇を決めている要因は、材料の耐熱特性でもある。そのようなことから、高温強度、酸化性などに優れている材料が常に求められている¹⁾。

今回取り上げた ODS ニッケル基超合金はそういった経緯のもとに開発がなされた材料の一つである。ODS 合金とは、Oxide Dispersion Strengthened Alloy の略²⁾であり、「酸化物分散強化合金」である。つまり、酸化物粒子をマトリックスとなる金属素地に分散させることで、

耐酸化性、高温強度、特に高温クリープ強度を向上させたものである。金属材料の強化といえば、主に固溶強化や加工硬化、析出強化などが挙げられる。この析出強化は第 2 相や金属間化合物などを析出させることで強化を得るものである³⁾⁴⁾。

本実験で用いる ODS ニッケル基超合金は γ' (ガンマプライム) 相を含むニッケル基超合金に Y_2O_3 を酸化物としているものであり、高温クリープ強度に優れている。 γ' 相とは金属間化合物の析出が高温強度に寄与しているため、マトリックスの強度は温度上昇とともに減少するが、 γ' 相は温度上昇とともに強度は上昇し逆温度依存性を示す。そのために、 γ' 相を含むニッケル基超合金は高温においても、非常に高い耐力を維持できる。しかし、この γ' 相も固溶と凝集、粗大が起り始めると急速に低下し効果は失われていく。そこで、固溶度を持たない酸化物のようなものを分散することで高温での安定

平成 20 年 12 月 15 日受理

* 大学院工学研究科機械・生物化学工学専攻博士前期課程・1 年

** アルバック東北

*** 上組

**** 機械情報技術学科・教授

性を確保するのである。 γ' 相や炭化物に対し Y_2O_3 (イットリア) は、特に安定性に優れている⁵⁾。

このように、ODS ニッケル基超合金は、高温強度、耐酸化性などに優れている半面、常温では延性に乏しいという欠点があり、難加工性を示すため、通常の熱間加工が難しい。

そこで、恒温鍛造を用いて鍛造実験を行い、塑性加工の可能性を検討していき、最終的な目標としては、部材としての ODS 合金の加工性を広げ、タービンディスクなどの、ごく一部の使用に止まっているこの材料の活用性を広げるため基本的なところから単純圧縮実験などの鍛造実験や組織観察を通し、検討・考察していく。

2. 実験装置

恒温鍛造装置には、島津サーボパルス高周波付試験機を使用した。この装置は、加圧装置、加熱装置、真空装置、制御装置から構成され、各種材料の温度サイクル下における疲労強度を求める時に使用する熱サイクル試験装置付電気油圧式疲労試験機をベースにして、温度-時間-外力の 3 次元熱処理をシミュレートで、急速加熱が可能な高周波誘導過熱に、ハンチングのない滑らかな急速冷却が可能なサーボ式冷却ガスコントロール弁を組み合わせることで制御精度の高い温度サイクルが可能となっている。さらに、油圧により 50 kN までの荷重をかけられ、温度、ひずみ速度、加工力をコンピュータにより制御できる装置である。

3. 鍛造実験

3.1 鍛造実験試験片

本実験で用いた ODS ニッケル基超合金の科学組織を Table 1 に示す。また、試験片の外観を Fig. 1 に示す。

ODS ニッケル基超合金には酸化物としてイットリア (Y_2O_3) が 0.9% 含まれている。他

Table 1 Chemical composition of ODS Ni-base superalloy (Wt.%)

Cr:	17.0	Ta:	2.0
Al:	6.0	Zr:	0.15
W:	3.5	Si:	0.50
Mo:	2.0	Y_2O_3 :	0.90
		Ni:	Rem

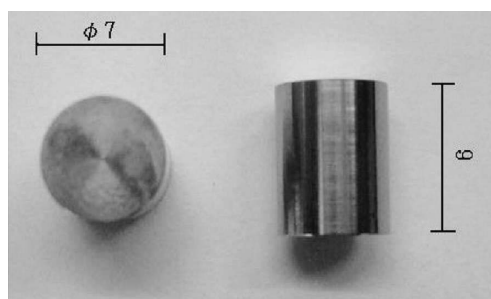


Fig. 1 testing specime

には、 γ' 相を形成するための Al や、高温腐食性向上の Cr などを含む。今回の実験では熱間押出し後の結晶流粗大化熱処理を行っていない微細結晶粒のものを用意した。また、恒温鍛造を行うにあたり、試験片と型とを潤滑するための潤滑剤が必要であるが、かなりの高温のため、高温下でも良好な潤滑条件を得ることが出来る、ガラス系潤滑剤のデルタグレース 347 M を用いることにした。

3.2 鍛造実験 (単純圧縮)

単純圧縮試験の試験条件を Table 2 に示す。試験片は単純圧縮試験には高さ 9 mm、直径 7 mm の円柱状のものを使用した。全ての試験において真空雰囲気 (1×10^{-3} Pa) 以下とし、潤滑剤として高温で良好な潤滑特性を持つガラス系潤滑剤を用いて、被加工材の全面および上下鍛造型の被加工材と接する面に塗布し乾燥させた。

その後、上下鍛造型の中央に配置し高さ減少

Table 2 Simple compression test condition

Preform size	$\phi 7 \times 9$ mm
Heating temperature	1,273 K \sim 1,373 K
Strain rate	$1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1} \sim 1 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$
Compression rate	70%
Lubricant	Deltaglaze 347 HS (Glass type)
Atmosphere	Vacuum (1×10^{-3} Pa)

率にして70%まで鍛造した。加熱温度は1,273 Kから1,373 K、ひずみ速度は非常にゆっくりとした速度として $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ から工業的に実際加工する速度を視野に入れた $1 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ とした。

また、加熱の際は0.5 kNの予備荷重を負荷した。これは、上下鍛造型と被加工材の温度をなるべく均等にすると共に、鍛造開始時における型材および治具等の接触状況による上下鍛造型の温度変化を防ぐためである。また、治具等の局所的な加熱を防ぎ、全体的になるべく一般的な温度となるように目標温度まで約1時間かけて昇温した後、鍛造を開始した。

鍛造終了後は加熱電源を落とし、炉内の温度が室温となるまで炉冷した。

3.3 鍛造実験（ディスク成型）

ディスク成型試験の試験条件を Table 3 に示す。また、ディスク鍛造型の寸法を Fig. 2 に示す。

実験は、アセトンを用いて被加工材と上下鍛造型を脱脂した後、被加工材の全面および上下鍛造型のインプレッション部に潤滑剤を塗布し乾燥後、被加工材と上下鍛造型を所定の位置に配置して、グラファイト製サセプターにより包囲した。十分にアセトンで脱脂した真空チャンバーを密閉し、 1×10^{-3} Pa 以下の真空度域に到達後、加熱を開始した。加熱の際は0.5 kNの予備荷重を負荷し、目標温度まで約1時間かけて徐々に昇温した。また、鍛造速度は被加工材を

Table 3 Conditions of disk forming test

Preform size	$D_0 = 14$ mm, $H_0 = 10.7$ mm $D_0 = 18$ mm, $H_0 = 8.5$ mm
Heating temperature	1,273 K \sim 1,373 K
Strain rate	$1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1} \sim 1 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$
Lubricant	Deltaglaze 347 HS (glass type)
Atmosphere	Vacuum (1×10^{-3} Pa)

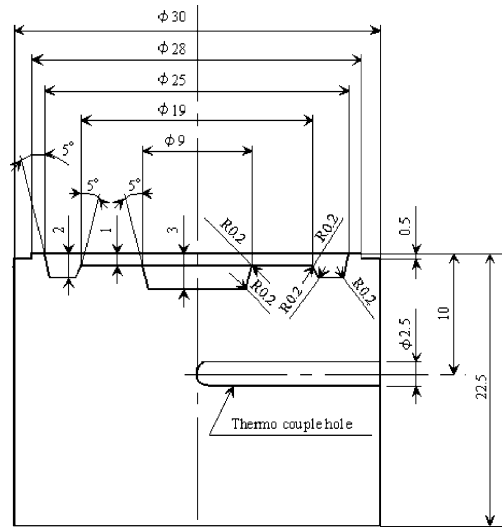


Fig. 2 TZM dies profile for forging disk with boss and rim

接触させるディスク部を基準として、均一に圧縮されると仮定した時の高さ減少率を求めPCで制御した。鍛造開始時は、下型の温度が上型のそれに比較してやや高いがその差は $\pm 3^\circ \text{C}$ 程度であり、また鍛造中の温度変化も小さく恒温に近い温度環境が得られた。鍛造終了後は、加熱電源を止め熱応力が十分に小さくなるよう温度が室温となるまで炉冷した。その後、チャンバー内を開放させて上下鍛造型と成形品を取り出し実験終了とする。

4. 研磨・腐食実験および組織観察

鍛造後の試験片は、組織観察をするため、研



Fig. 3 Observed points

磨をするのに適した状態にするためにアクリル系の樹脂で包埋し、その後、十分に硬化したら、精密切断機で子午断面にて半割りにしたものを粗研磨・精密研磨を行い、さらに、研磨した試料の表面を腐食（エッチング）し、腐食液（塩酸 100 ml + 過酸化水素 4 ml）に試料を浸して光学顕微鏡で観察する。

なお、腐食液の選定は様々試してみた中で一番組織が鮮明に見えたものを使った。更に、一つの試験片に対して、観察を 6 点で行い、Fig. 3 の A1～C2 の 6 点で観察を行った。

5. 実験結果および考察

5.1 単純圧縮実験

Fig. 4 に 70% 圧縮後の試験片外観を示す。ひずみ速度が $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ から $1 \times 10^0 \text{s}^{-1}$ では、Fig. 4 に示したようなパンケーキ状の変形で、たる型変形は少なく、ほぼ均一変形に近い良好な潤滑条件にて欠陥なく単純圧縮が行われていることがわかる。圧縮後の試験片には、潤滑剤

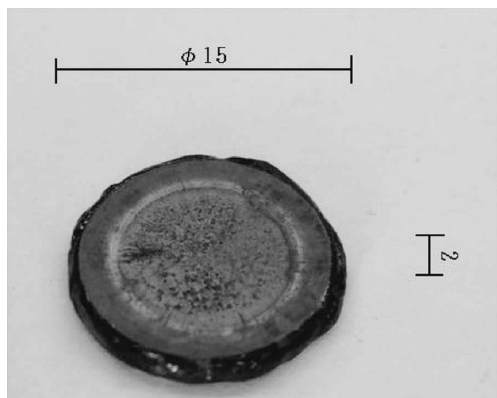


Fig. 4 Deformed specimen ($\dot{\epsilon} = 1 \times 10^0 \text{s}^{-1}$)

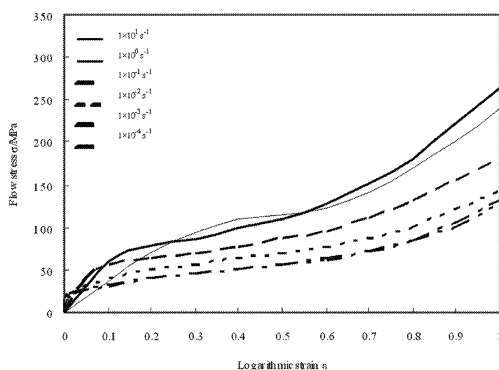


Fig. 5 Flow stress-strain curves on 1,323 K

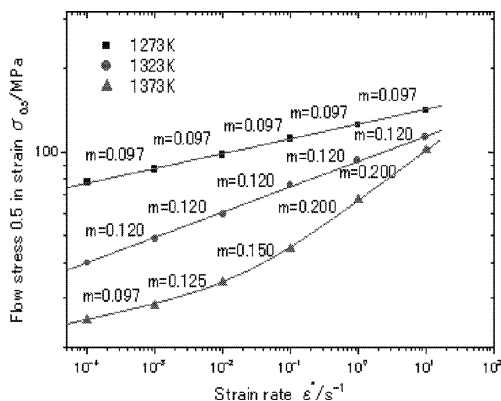


Fig. 6 Relationships between flow stress and strain rate

として用いたガラスが固化して、やや黒っぽく見える。

Fig. 5 に ODS ニッケル基超合金の流動応力-対数ひずみ線図を示す。

ODS ニッケル基超合金では流動応力-対数ひずみ線図では、ほぼ全ての速度域にわたり緩やかな右上がりの曲線になった。さらに、ひずみ速度が低くなるごとに傾斜は緩やかになっていく傾向を示した。

Fig. 6 でひずみ 0.5 における流動応力とひずみ速度の関係のグラフを見ると、流動応力は顕著な温度依存性を示しており、温度が高いほど流動応力が低くなっていることがわかる。また図中における曲線の接線の傾きがひずみ速度感

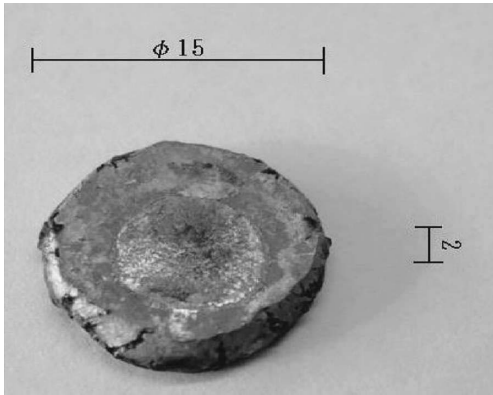


Fig. 7 Deformed specimen ($\dot{\epsilon}=1\times 10^1\text{s}^{-1}$)

受性指数 m 値を示しており、どの試験温度においても明らかなひずみ速度依存性を示していることがわかる。特に試験温度が高くなるにつれて傾きは増加し、 m 値が大きくなっているのがわかる。

しかし、ひずみ速度が $1\times 10^1\text{s}^{-1}$ の時に Fig. 7 のように外形に割れ等が発生した。このことから、超塑性が起きていないことがわかった。そのため、高ひずみ速度域での超塑性が期待できる可能性はあると思われたが今回の実験で高速超塑性が起きないことがわかった。

IN-100 と ODS ニッケル基超合金での加工応力を比べると、今回の試験条件においては酸化物の分散強化のため、IN-100 より多少変形抵抗は高いものの、 10^1s^{-1} 付近の加工速度であっても低い応力のままであり速度依存性が低く加工が可能であることがわかった。

また、高速度域での超塑性は発現していないが、恒温鍛造法を用いて成形すれば、他のニッケル基合金とくらべ低い応力を用いて鍛造することが出来ることがわかった。それは工業的な因子からみて、プレス的小型化や製造サイクル、製造コストの削減に寄与するものと考えられる。

5.2 ディスク成型実験について

Fig. 8 に温度 1,373 K でひずみ速度 $1\times 10^0\text{s}^{-1}$



Fig. 8 Appearance of a disk forging product

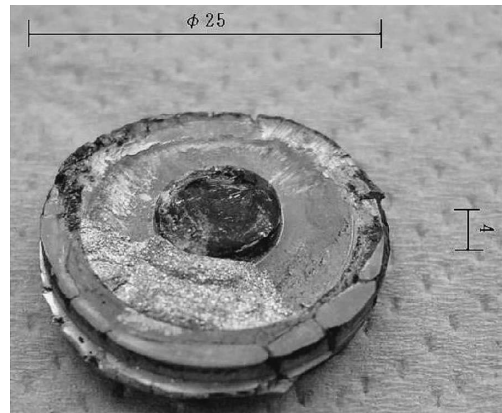


Fig. 9 Defect product

で鍛造後の試験片の概観写真を示す予備実験で得られた高さ・直径比を参考にした寸法で、温度 1,373 K でひずみ速度 $1\times 10^0\text{s}^{-1}$ の条件であり、欠陥なく材料流動が起き、ボス部、リム部に完全に充満していることがわかる。

しかし、ひずみ速度 $1\times 10^0\text{s}^{-1}$ までは健全なディスク形状であったが、ひずみ速度 $1\times 10^1\text{s}^{-1}$ では Fig. 9 のような未充満のディスク形状で、外周部に割れもある欠陥品が得られた。外周部に割れがあることから超塑性が起きていないことがわかる。

また、ひずみ速度 $1\times 10^1\text{s}^{-1}$ の条件で行った際に型の破損が起きた。これは上下鍛造型の中心に試験片がセットされなかったため、鍛造中

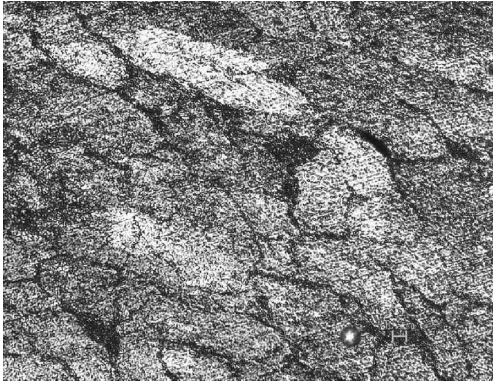


Fig. 10 Observation photograph with light microscope (after)

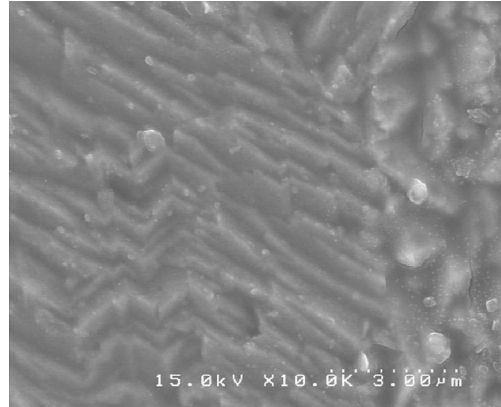


Fig. 12 SEM photograph ($\times 10,000$)

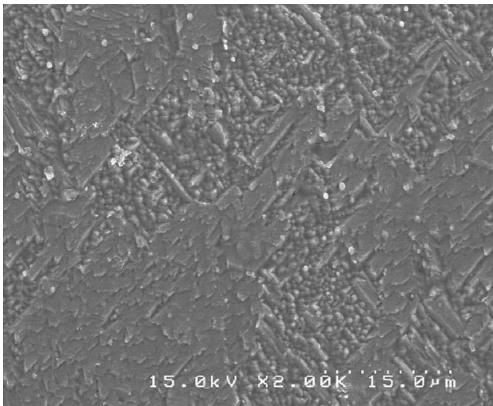


Fig. 11 SEM photograph ($\times 2,000$)

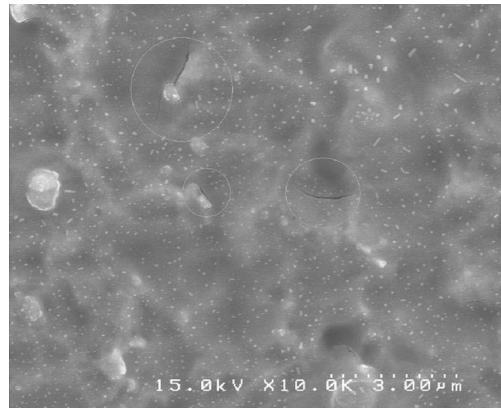


Fig. 13 SEM photograph ($\times 10,000$)

に外に流れる材料流動が起きた際にどちらか片方に多く流れて、その流れが鍛造型の外周部によって中心に押し戻されたために破損が発生したと考えられる。

そして、TZM製の鍛造型もひずみ速度 $1 \times 10^0 \text{s}^{-1}$ までは破損等起きなくディスク成形型材として有効であることがわかり、より複雑形状への利用が期待できることがわかった。

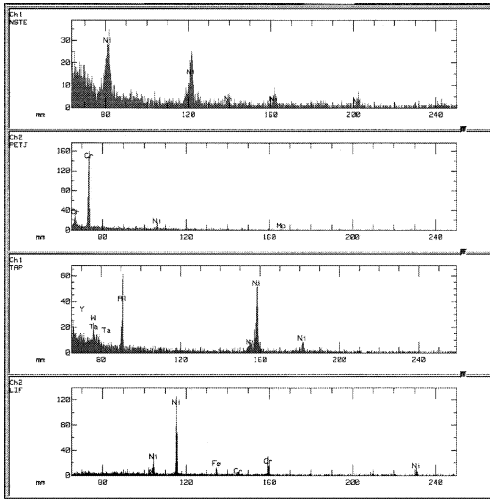
5.3 組織観察実験

Fig. 10 が鍛造後の試験片を光学顕微鏡で観察したものである。蜂の巣のように連なり、六角形の縦長になった結晶粒が見える。また結晶粒径が大きく、大きさが $30 \mu\text{m}$ あることから超

塑性が起きていないことがわかる。Fig. 11 は SEM 写真 ($\times 2,000$) で、Fig. 12 は SEM 写真 ($\times 10,000$) を示している。Fig. 12 では白い粒のようなものと材料流動のようなものも見えている。また B 点、C 点において Fig. 13 のようにひび割れが起きており、ひずみ速度 $1 \times 10^1 \text{s}^{-1}$ において外周部に割れが生じたことは、初期の段階で割れがすでに生じていることから明らかとなった。

Table 4 に定性分析した結果を示す。Ni や Cr, Al の他に試験片の化学組成には無かったが Fe の存在が確認できた。その結果、Fe は約 5.0

Table 4 Qualitative analysis



(wt.%) 程度存在することが確認できた。Fe の存在は、提供された組成に無いものであるが、その量や Ni, Cr の偏析などの関与をみれば無視できない存在であると思われる。Fe の混入について、もっとも有力なのが酸化物の分散方法である機械的合金化法である。タンク内の鋼球により、通常 50 時間程度処理を行うため鋼球が激しく磨耗し、合金粉末中に混入してしまったと考えるのが妥当ではないかと思われる。

6. 結 論

ODS ニッケル基超合金を試験片として用い、恒温鍛造法を用いた単純圧縮試験やディス

ク成形実験、組織解析を行い本試験片の有用性について見当し以下の結果が得られた。

- 1) ひずみ速度が $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1} \sim 1 \times 10^0 \text{s}^{-1}$ の範囲の早い速度においても比較的低応力でありながら健全な鍛造が可能である。
- 2) ODS ニッケル基超合金の恒温鍛造では円柱状の試料から欠陥なく完全充満したボス・リム付ディスク形状への鍛造成形が可能である。
- 3) ひずみ速度 $1 \times 10^1 \text{s}^{-1}$ において、単純圧縮試験およびディスク成形実験の 2 つの実験で共に、鍛造後の試験片の外周部にひび割れ等が発生したために高ひずみ速度域での超塑性は発現しない。
- 4) 単純圧縮試験およびディスク成形実験で、ひずみ速度 $1 \times 10^1 \text{s}^{-1}$ において外周部に割れが生じたのは、組織観察を通し、初期段階ですでに割れが生じていることが分かった。

参 考 文 献

- 1) 田中良平ほか：金属，2-8，(1992)，5.
- 2) Higashi, K.: Mater. Sci. Eng., A166 (1993), 109.
- 3) 小林 勝：塑性と加工，vol. 37, no. 420 (1996)，5.
- 4) 大内清行・中沢克紀・松野健一：塑性と加工，31-348，(1990)，1.
- 5) 高性能結晶制御合金技術ハンドブック，日本規格協会，449-577，(1991).